

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-118283

(43)Date of publication of application : 09.05.1995

(51)Int.Cl. C07F 11/00
 // C10M139/00
 C10N 10:12
 C10N 30:06

(21)Application number : 05-289937 (71)Applicant : TONEN CORP

(22)Date of filing : 26.10.1993 (72)Inventor : TOKASHIKI MICHIIHIDE
 TOMIZAWA HIROTAKA

(54) PRODUCTION OF DITHIOXANTHOGENIC ACID METAL SALT

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the metal salt having high solubility in mineral oil and exhibiting friction-reducing effect when added to a lube oil, with a simple operation in a high purity and yield by reacting a specific dithioxanthogenic acid salt with a molybdic acid salt or tungstic acid salt in the presence of a mineral acid.

CONSTITUTION: The metal salt of the formula II (M2 is molybdenum or tungsten) is produced by reacting (A) a hydroxyl-containing compound of the formula R-OH (R is 1-30C hydrocarbon group) with (B) hydrogen disulfide and (C) a hydroxide of an alkaline component in the presence of (D) a nitrogen-containing component having lower chain-hydrocarbon group and reacting (E) the resultant

dithioxanthogenic acid salt of the formula I (M1 is alkaline component) with (F) a molybdic acid salt or a tungstic acid salt in the presence of (G) a mineral acid.



II

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-118283

(43) 公開日 平成7年(1995)5月9日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	序内整理番号	P I	技術表示箇所
C 0 7 F 11/00	B	9155-4H		
	C	9155-4H		
// C 1 0 M 139/00	Z	9159-4H		
C 1 0 N 10:12				
30:06				

審査請求 未請求 請求項の数 2 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平5-289937

(22) 出願日 平成5年(1993)10月26日

(71) 出願人 390022998

東燃株式会社

東京都千代田区一ツ橋1丁目1番1号

(72) 発明者 渡嘉敷 通秀

埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡一丁目3番1

号 東燃株式会社総合研究所内

(72) 発明者 宮沢 広隆

埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡一丁目3番1

号 東燃株式会社総合研究所内

(74) 代理人 弁理士 久保田 耕平 (外1名)

(54) 【発明の名称】 ジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法

(57) 【要約】

【構成】一般式 ROCS_2M^1 (M^1 はアルカリ成分であり、 R は前記と同じ意味をもつ) で表されるジチオキサントゲン酸塩とモリブデン酸塩又はタングステン酸塩とを鉍酸の存在下に反応させて、一般式 $[(\text{ROCS}_2)_2\text{M}^1\text{O}]_2\text{O}$ (M^1 はモリブデン又はタングステン、 R は前記と同じ意味をもつ) で表されるジチオキサントゲン酸金属塩を製造する方法である。

【効果】鉍油に対する溶解性が大きく、かつ潤滑油に添加した場合、優れた摩擦低減効果を発揮するジチオキサントゲン酸モリブデンやジチオキサントゲン酸タングステンが効率よく得られる。

1

2

【特許請求の範囲】

【請求項1】低級鎖状炭化水素基を有する含酸素化合物の存在下、一般式〔1〕



（式中のRは炭素数1～30の炭化水素基である）で表される水酸基含有化合物と二硫化炭素とアルカリ成分の水酸化物とを反応させて、一般式〔2〕

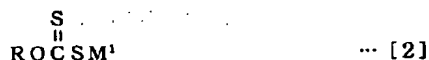
〔化1〕



（式中のM¹はモリブデン又はタングステンであり、Rは前記と同じ意味をもつ）で表されるジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法。

【請求項2】一般式〔2〕

〔化3〕



※20



…〔3〕

（式中のM¹はモリブデン又はタングステンであり、Rは前記と同じ意味をもつ）で表されるジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法の改良に関するものである。さらに詳しくいえば、本発明は、鉱油に対する溶解性が大きく、かつ潤滑油に添加した場合、摩擦低減効果が大きいことから、潤滑油添加剤として有用なジチオキサントゲン酸モリブデンやジチオキサントゲン酸タングステンを、簡単な操作で純度よく高収率で製造する方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】長鎖アルキル基を有するジチオキサントゲン酸モリブデンは、潤滑油に添加した場合、摩擦低減効果が大きいことから、潤滑油添加剤として有用な化合物である。ジチオキサントゲン酸モリブデンの製造方法としては、例えば水酸化カリウムのメタノール溶液に、二硫化炭素を加えてメチルジチオキサントゲン酸カリウム(CH₃OCS₂K)を調製したのち、このメチルジチオキサントゲン酸カリウムとモリブデン酸ナトリウムを含有する水溶液に、二酸化硫黄ガスを吹き込むことにより、ジメチルジチオキサントゲン酸モリブデン〔(CH₃OCS₂)₂MoO₄〕を製造する方法が知られている〔「インオーガニック・ケミストリー(Inorganic Chemistry)」第6巻、第5号、第998～1003ページ(1

*



（式中のM¹はアルカリ成分であり、Rは前記と同じ意味をもつ）で表されるジチオキサントゲン酸塩を得たのち、このものとモリブデン酸塩又はタングステン酸塩とを鉱酸の存在下において反応させることを特徴とする、一般式〔3〕

〔化2〕

…〔3〕

※（式中のM¹はアルカリ成分であり、Rは前記と同じ意味をもつ）で表されるジチオキサントゲン酸塩とモリブデン酸塩又はタングステン酸塩とを鉱酸の存在下において反応させることを特徴とする、一般式〔3〕

〔化4〕

967年)〕。しかしながら、この方法は操作が煩雑であり、また該方法を用いて長鎖アルキル基を有するジチオキサントゲン酸モリブデン、例えばジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンを製造した場合、得られたものは潤滑油基油に容易に溶解するものの、これを含有する潤滑油組成物について、シェル四球式試験で摩擦係数を測定したところ、その摩擦低減効果は僅かであり、市販の摩擦低減剤である硫化オキシモリブデンジチオカルバメート(MoDTC)に及ばないという問題があった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような事情のもとで、鉱油に対する溶解性が大きく、かつ潤滑油に添加した場合、摩擦低減効果が大きいことから、潤滑油添加剤として有用なジチオキサントゲン酸モリブデンやジチオキサントゲン酸タングステンを、簡単な操作で純度よく高収率で製造する方法を提供することを目的としてなされたものである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者は前記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、特定の化合物の存在下、水酸基含有化合物と二硫化炭素とアルカリ成分の水酸化物とを反応させ、次いでこの生成物とモリブデン酸アルカリ金属塩又はタングステン酸アルカリ金属塩とを鉱酸の存在下で反応させることにより、その目的を達成しうることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、低級鎖状炭化水素基を有する含酸素化合物の存在下、一般式〔1〕

3

ROH ... [1]

(式中のRは炭素数1~30の炭化水素基である)で表される水酸基含有化合物と二硫化炭素とアルカリ成分の水酸化物とを反応させて、一般式[2]

【0005】

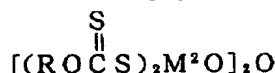
【化5】



【0008】(式中のM¹はモリブデン又はタングステンであり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法、並びに一般式[2]

【0009】

【化7】



【0012】(式中のM¹はモリブデン又はタングステンであり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸金属塩の製造方法を提供するものである。

【0013】以下、本発明を詳細に説明する。本発明方法においては、まず一般式[1]

ROH ... [1]

(式中のRは炭素数1~30の炭化水素基である)で表される水酸基含有化合物と二硫化炭素とアルカリ成分の水酸化物とを反応させて、一般式[2]

ROCS₂M¹ ... [2]

(式中のM¹はアルカリ成分であり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸塩を生成させる。前記一般式[1]及び[2]において、Rは炭素数1~30の炭化水素基であり、飽和炭化水素基であってもよいし、不飽和炭化水素基であってもよく、具体的には炭素数1~30のアルキル基、炭素数2~30のアルケニル基、炭素数6~30のシクロアルキル基、炭素数6~30のアリール基、炭素数7~30のアルキルアリール基、炭素数7~30のアリールアルキル基などが挙げられる。特にRが炭素数8~22である場合、最終的に得られるジチオキサントゲン酸モリブデンやジチオキサントゲン酸タングステンが、潤滑油添加剤として優れた摩擦低減作用を有するので、好ましい。該一般式

[1]で表される水酸基含有化合物としては、例えばメチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール、ブチルアルコール、ペンチルアルコール、ヘキシルアルコール、ヘプチルアルコールのほか、2-エチルヘキシルアルコール、ノニルアルコール、デシルアルコー

4

*【0006】(式中のM¹はアルカリ成分であり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸塩を得たのち、このものとモリブデン酸塩又はタングステン酸塩とを鉍酸の存在下において反応させることを特徴とする、一般式[3]

【0007】

【化6】

... [3]

※【0010】(式中のM¹はアルカリ成分であり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸塩とモリブデン酸塩又はタングステン酸塩とを鉍酸の存在下において反応させることを特徴とする、一般式

【3】

【0011】

【化8】

... [3]

ル、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、エイコシルアルコール、オレイルアルコール、シクロヘキシルアルコール、p-tert-ブチルフェノール、オクチルフェノール、ノニルフェノールなどが挙げられる。また、本発明において、アルカリ成分とは、アルカリ金属及びアンモニウムイオンを包含するものをいう。従ってアルカリ成分の水酸化物としては、例えば水酸化リチウム、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化アンモニウムなどが用いられる。

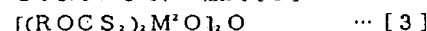
【0014】本発明においては、前記水酸基含有化合物と二硫化炭素とアルカリ成分の水酸化物とを反応させる場合、低級鎖状炭化水素基を有する含酸素化合物の存在下に反応させることが必要である。該低級鎖状炭化水素基を有する含酸素化合物としては、例えば炭素数1~10、好ましくは1~5、より好ましくは1又は2のアルコール、ケトン、エーテルなど、具体的にはメタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、アセトン、メチルエチルケトン、ジメチルエーテル、ジエチルエーテル、ジプロピルエーテルなどが挙げられる。これらの化合物は1種用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよい。含酸素化合物は、上記水酸基含有化合物の水溶解性を向上させ、相溶性を改善する作用をするものである。この反応は次のようにして行うことができる。すなわち、必要に応じて用いられる水性媒体中において、前記水酸基含有化合物と、それに対して実質上相当モルのアルカリ成分の水酸化物及び当量よりも若干過剰量の二硫化炭素とを、前記低級鎖状炭化水素基を有する含酸素化合物の存在下、好ましくは0~70℃の範

図の温度において、30分ないし20時間反応させる。該含酸素化合物は、水酸基含有化合物100重量部に対して、通常700~2,000重量部の割合で用いられる。このようにして、一般式〔2〕



(式中のR及びM¹は前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸塩が得られる。

〔0015〕次に、前記一般式〔2〕で表されるジチオキサントゲン酸塩とモリブデン酸塩又はタングステン酸塩とを、鉍酸の存在下に反応させる。該モリブデン酸塩やタングステン酸塩は無水物、水和物のいずれであってもよく、またその使用量については、一般式〔2〕で表されるジチオキサントゲン酸塩に対し、実質上当量量が用いられる。また、該鉍酸としては、酸化作用を有するもの例えば硝酸、硫酸などが挙げられ、これらは1種用いてもよいし、2種以上を組み合わせ用いてもよいが、特に硝酸が好適である。この鉍酸の使用量は、用いるモリブデン酸塩又はタングステン酸塩100重量部(無水物として)に対して、通常400~1,000重量部の範囲で選ばれる。好ましい使用量は、450~600重量部の範囲である。硝酸は、通常0.5N~2Nの水溶液として用いられる。この反応は水性媒体中において行われ、反応温度は通常0~15℃、好ましくは2~8℃の範囲であり、反応時間は2~30時間程度である。好ましい反応時間は、4~10時間の範囲である。このようにして、一般式〔3〕



(式中のM¹はモリブデン又はタングステンであり、Rは前記と同じ意味をもつ)で表されるジチオキサントゲン酸金属塩が得られる。

〔0016〕前記一般式〔3〕で表される同一鎖長の炭化水素基を有するジチオキサントゲン酸金属塩の具体例としては、例えば、ジメチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジエチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジプロピルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジブチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジペンチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジヘキシルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジヘプチルジチオキサントゲン酸モリブデンのほか、ジ(2-エチルヘキシル)ジチオキサントゲン酸モリブデン、ジノニルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジデシルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジラウリルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジミリスチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジバルミチルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジステアリルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジエイコシルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジシクロヘキシルジチオキサントゲン酸モリブデン、ジ(p-tert-ブチルフェニル)ジチオキサントゲン酸モリブデン、ジ(オクチルフェニル)ジチオキサントゲン酸モリブデン、ジ(ノニルフェニル)ジチオキサ

ントゲン酸モリブデンなど、及びこれらに対応するタングステン塩を挙げることができる。本発明方法で得られた前記一般式〔3〕で表されるジチオキサントゲン酸モリブデン又はジチオキサントゲン酸タングステンは、潤滑油に添加した場合、優れた摩擦低減効果を発揮する。

〔0017〕

【実施例】次に実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定されるものではない。

10 実施例1

2-エチルヘキシルアルコール28gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液16gとの混合溶液に、メタノール150g及び水200gを加え、さらに二硫化炭素16gを加えたのち、10℃に保持しながら5時間反応させて、朱色のゼリー状反応物を得た。この反応物に、モリブデン酸ナトリウム(Na₂MoO₄・2H₂O)48.4gを水200gに溶解させた水溶液を添加し、さらに1N-硝酸水溶液300gを添加して5℃で6時間反応させ、上層に油分を有する青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン50.0gを加え、ろ過分離したのち、水洗して固体生成物を得た。この固体生成物中のジ(2-エチルヘキシル)ジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして95wt%以上であった。

実施例2

ラウリルアルコール37.2gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液16gとの混合溶液に、メタノール600g及び水500gを加え、さらに二硫化炭素16gを加えたのち、40~50℃で5時間反応させて、朱色の固体状反応物を得た。この反応物に、モリブデン酸ナトリウム(Na₂MoO₄・2H₂O)48.4gを水200gに溶解させた水溶液を添加し、さらに1N-硝酸水溶液300gを添加して5℃で6時間反応させ、上層に油分を有する青色反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを加え、ろ過分離したのち、水洗して固体生成物を得た。この固体生成物中のジラウリルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして95wt%以上であった。

〔0018〕実施例3

オレイルアルコール28.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、メタノール300gを加え、さらに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で5時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム(Na₂MoO₄・2H₂O)24.2gを水100gに溶解させた水溶液を添加したところ黄色結晶が析出したので、水200gを加え溶解させたのち、1N-硝酸水溶液150gを添加して5℃で6時間反応させ、上層に油分を有する青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして98wt%であった。

実施例4

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、アセトン200g及び水100gを加え、さらに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で6時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)24.2gを水50gに溶解させた水溶液を添加し、さらに1N-硝酸水溶液200gを添加して5℃で6時間反応させ、上層に油分を有する青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして95wt%以上であった。

【0019】実施例5

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、t-ブタノール100g及び水100gを加え、さらに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で5時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)24.2gを水50gに溶解させた水溶液を添加し、さらに1N-硝酸水溶液100gを添加して5℃で6時間反応させ、上層に油分を有する淡青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして95wt%以上であった。

実施例6

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液にメタノール300gを加え、これに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃に保持しながら5時間反応させて黄色透明の液状反応生成物を得た。この反応生成物に、タングステン酸ナトリウム($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)の水溶液(水100gに48.5gを溶解して調製)を加え、水200gを加え結晶を溶解させたのち、1N-硝酸水溶液300gを加えて5℃で6時間反応させた。上層に油分を有する反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを加え、分離したのちトルエンを留去して固体生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸タングステンはWとして95wt%以上であった。

【0020】比較例1

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、トルエン300g及びメタノール100gを加え、さらに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で5時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)24.2gを水100gに溶解させた水溶液を添加し、さらに1N-硝酸水溶液150gを添加して5℃で1.5時間反応させ、上層に油分を有する青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを

加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして80wt%であった。

比較例2

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、水100g及び二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で5時間反応させて上層に黄色のブロック状物を有する朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)24.2gを水100gに溶解させた水溶液を添加し、さらに1N-硝酸水溶液150gを添加して5℃で1.5時間反応させて、黄色析出物を有する反応液を得た。次いで、この反応液をろ過し、水洗して固体状生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして80wt%であった。

【0021】比較例3

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、メタノール300gを加え、さらに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で5時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)24.2gを水100gに溶解させた水溶液を添加したところ、黄色結晶が析出したので、水200gを加え溶解させたのち、二酸化硫黄ガスを吹き込みながら5℃で1.5時間反応させて上層に油分を有する青色の反応液を得た。次いで、これにトルエン500gを加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして80wt%であった。

比較例4

オレイルアルコール26.8gと50wt%水酸化ナトリウム水溶液8gとの混合溶液に、メタノール100g及び水100gを加え、さらに二硫化炭素8gを加えたのち、10℃で5時間反応させて朱色の透明反応液を得た。これに、モリブデン酸ナトリウム($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)24.2gを水100gに溶解させた水溶液を添加し、二酸化硫黄ガスを吹き込みながら5℃で1.5時間反応させて上層に油分を有する青色反応液を得た。次いでこれにトルエン500gを加え、分離したのち、トルエンを留去させて生成物を得た。この生成物中のジオレイルジチオキサントゲン酸モリブデンは、Moとして80wt%であった。

試験例1

潤滑油基油としての鉱油100SN、ポリメタクリレート系粘度指数向上剤4.0wt%、こはく酸イミド系無灰清浄分散剤3.0wt%、チオリン酸亜鉛系耐摩耗剤0.75wt%及び第1表に示す種類と量の摩擦低減剤を含有する潤滑油組成物を調製した。この組成物について、荷重40kgf又は20kgf、回転数1800rpm、油温90℃、時間30分の条件でシェル四球式試験を行い、摩耗

痕径、摩擦係数、上球表面平均粗さを求めた。その結果 * はモリブデン酸ナトリウムを反応させる工程を示す。
を第1表に示す。なお、第1表において、反応工程 【0022】

(1) は二硫化炭素を反応させる工程、反応工程(2) * 【表1】

第1表-1

試験 No	摩擦低減剤				
	種類		反応工程(1) 溶媒	反応工程(2) HNO ₃ 添加又は SO ₂ 吹込み	添加量ppm
1	実施例1	ジ(2-エチルヘキシル) MoDTX	メタノール 水	HNO ₃ 添加	230 (Mo)
2	実施例2	ジラウリルMoDTX	メタノール 水	HNO ₃ 添加	230 (Mo)
3	実施例3	ジオレイルMoDTX	メタノール	HNO ₃ 添加	230 (Mo)
4	実施例4	ジオレイルMoDTX	アセトン 水	HNO ₃ 添加	230 (Mo)
5	実施例5	ジオレイルMoDTX	ヒープタノール 水	HNO ₃ 添加	230 (Mo)
6	実施例6	ジオレイルWDTX	メタノール	HNO ₃ 添加	460 (W)
7	比較例1	ジオレイルMoDTX	トルエン メタノール	HNO ₃ 添加	230 (Mo)
8	比較例2	ジオレイルMoDTX	水	HNO ₃ 添加	230 (Mo)
9	比較例3	ジオレイルMoDTX	メタノール	SO ₂ 吹込み	230 (Mo)
10	比較例4	ジオレイルMoDTX	メタノール 水	SO ₂ 吹込み	230 (Mo)
11	-	無添加	-	-	-
12	-	C ₈ ~C ₁₃ MoDTC	-	-	230 (Mo)

【0023】【注】

C₈~C₁₃ MoDTC : アルキル基の炭素数が8~13
の硫化オキシモリブデンジチオカルバメート(市販品)
ジ(2-エチルヘキシル)MoDTX : ジ(2-エチルヘ
キシル)ジチオキサントゲン酸モリブデン
ジラウリルMoDTX : ジラウリルジチオキサントゲン

酸モリブデン

ジオレイルMoDTX : ジオレイルジチオキサントゲン
酸モリブデン

40 【0024】

【表2】

第1表-2

試験 No	シェル四球式試験					
	荷重40kgf			荷重20kgf		
	摩耗直径 (mm)	摩擦係数	上級表面 平均粗さ (μ m)	摩耗直径 (mm)	摩擦係数	上級表面 平均粗さ (μ m)
1	0.29	0.054	0.110	—	—	—
2	0.27	0.054	0.120	—	—	—
3	0.55	0.063	0.186	0.32	0.051	0.107
4	0.59	0.056	—	—	—	—
5	0.53	0.065	—	—	—	—
6	0.58	0.070	—	0.31	0.085	—
7	1.67	0.094	—	—	—	—
8	1.81	0.084	—	—	—	—
9	0.56	0.098	0.216	—	—	—
10	0.56	0.099	0.234	—	—	—
11	0.52	0.113	0.579	0.33	0.097	0.142
12	0.58	0.067	0.286	0.31	0.063	0.156

【0025】

【発明の効果】本発明方法によると、鉱油に対する溶解性が大きく、かつ潤滑油に添加した場合、摩擦低減効果が大きいことから、潤滑油添加剤として有用なジチオキ

サントゲン酸モリブデンやジチオキサントゲン酸タングステンを、簡単な操作で純度よく高収率で製造することができる。